19 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

**PARIS** 

11 N° de publication :

2 551 433

(à n'utiliser que pour les commandes de reproduction

(21) N° d'enregistrement nati nal :

84 13739

(51) Int Cl4 : C 04 B 35/56.

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

**A1** 

UNITED

dit :

- 22) Date de dépôt : 6 septembre 1984.
- (30) Priorité: GB, 7 septembre 1983, nº 8323994.
- KINGDOM ATOMIC ENERGY AUTHORITY. GB.

(71) Demandeur(s): Etablissement public

- (43) Date de la mise à disposition du public de la demande : BOPI « Brevets » n° 10 du 8 mars 1985.
- Références à d'autres documents nationaux apparentés :
- (72) Inventeur(s): Peter Kennedy et Kenneth Parkinson.
- (73) Titulaire(s):
- (74) Mandataire(s): Cabinet Simonnot.
- (54) Produits artificiels en carbure de silicium lié par réaction.
- Produits artificiels en carbure de silicium lié par réaction.

  On incorpore des particules grossières de carbone (par exemple du graphite) à un mélange cohérent de poudres de carbone et de carbure de silicium que l'on soumet, après compactage, à infiltration par du silicium fondu pour former une matrice de carbure de silicium lié par réaction, dans une phase sensiblement continue de carbure de silicium libre. Quand la masse volumique des particules grossières de carbone est d'au moins 0,963 g/ml, le silicium fondu ne réagit qu'avec la surface des particules, qui restent ainsi inaltérées et dispersées dans tout le composite.

Application : augmentation de la résistence mécanique et des caractéristiques de lubrification d'objets réfractaires moulés et/ou frittés.

551 433

La présente invention concerne des produits synthétiques ou artificiels en carbure de silicium lié par réaction.

On obtient les produits artificiels en carbure de silicium lié par réaction en soumettant à frittage avec réaction un mélange cohérent (ou corps vert) de poudres de carbone et de carbure de silicium en présence de silicium fondu, le procédé étant connu sous le nom de siliciation. Le carbone du mélange est transformé en carbure de silicium liant et il se forme une matrice sensiblement continue de carbure de silicium dans une phase sensiblement continue de silicium libre.

5

10

15

20

25

30

35

Selon un aspect de la présente invention, un composite formé d'une matrice de silicium et de carbure de silicium incorpore du graphite particulaire inaltéré dispersé dans tout le composite.

Selon un second aspect de la présente invention,
des particules grossières de carbone (par exemple du
graphite), dont la masse volumique est au moins égale à
0,963 g/ml, sont incorporées à un mélange cohérent de
poudres de carbone et de carbure de silicium, et le mélange
cohérent est ensuite silicié pour donner un produit artificiel en carbure de silicium lié par réaction, dans lequel
sont dispersées des particules de graphite.

La masse volumique d'au moins 0,963 g/ml des particules grossières de carbone est telle que les particules résistent à une pénétration par perméation du silicium pendant la siliciation. Les particules sont donc retenues dans le produit silicié et l'on a constaté qu'elles améliorent le pouvoir lubrifiant en diminuant le frottement de glissement.

L'aptitude du graphite, ayant une masse volumique au moins égale à 0,963 g/ml, à résister à une pénétration de silicium par perméation, est déjà connue et l'on a utilisé cette propriété pour protéger, pendant la siliciation, la forme d'une cavité formée dans un corps de carbure de silicium vert, par inclusion d'un bouchon ou gabarit de

graphite dense dans le corps vert. Dans la présente invention, cependant, le graphite est sous forme particulaire et il est dispersé dans tout le corps vert comprenant un mélange cohérent de poudres de carbone et de carbure de silicium, ou dans la partie du corps vert destinée à donner une surface ayant un meilleur pouvoir lubrifiant.

Typiquement, la poudre de carbone du mélange cohérent aura des particules de dimensions inférieures au micron,
et ce carbone est de préférence sous forme de graphite
10 colloidal. Les particules grossières, qui peuvent aussi
être du graphite, auront au contraire, dans le mélange vert,
une dimension particulaire d'au moins 40 μm, mieux d'au
moins 75 μm, typiquement comprise entre 75 et 300 μm.

L'invention est illustrée par les exemples non la limitatifs suivants.

## Exemple 1

On mélange 400 g de poudre de carbure de silicium et 100 g de poudre de graphite colloïdal avec 48,8 g de particules de graphite et un liant plastique. On donne au 20 mélange, sous pression isostatique à 103,5 MPa, la forme d'un corps vert dans lequel les particules de graphite occupent 10 % du volume total de ce corps vert. La dimension des particules de graphite se situe entre 75 et 150 µm et leur masse volumique est de 1,73 g/ml. On chauffe ensuite le corps vert jusqu'à 1400 - 1650°C en présence de silicium fondu, qui réagit avec le graphite colloïdal en le transformant en carbure de silicium.

## Exemple 2

On répète l'expérience de l'exemple 1, en utilisant 30 des particules de graphite plus denses ayant de 150 à 300 µm . Exemple 3

On répète l'expérience de l'exemple l en augmentant .le volume occupé dans le corps vert par les particules de graphite dense, en doublant la quantité de ces particules dans le mélange initial formé avec la poudre de carbure de silicium et le graphite colloidal.

Le produit résultant de l'ensemble de ces trois

exemples est un pr duit artificiel en carbure de silicium lié par réaction, comportant une phase sensiblement continue de silicium et une matrice de carbure de silicium dans laquelle les particules de graphite sont dispersées, le silicium fondu n'ayant réagi qu'avec les surfaces de ces particules.

5

10

Il va de soi que, sans sortir du cadre de l'invention, de nombreuses modifications peuvent être apportées au composite à matrice de carbure de silicium/silicium décrit ci-dessus.

## REVENDICATIONS

- 1. Composite comportant une matrice de silicium et de carbure de silicium, caractérisé en ce qu'il comporte des particules grossières de carbone n'ayant pas réagi et qui sont dispersées dans tout le composite.
- Procédé pour préparer un produit artificiel en carbure de silicium lié par réaction, caractérisé en ce qu'on incorpore des particules grossières de carbone, dont la masse volumique est au moins égale à 0,963 g/ml,
   à un mélange cohérent de poudres de carbone et de carbure de silicium et en ce qu'on soumet le mélange à siliciation pour obtenir un produit artificiel en carbure de silicium lié par réaction et dans lequel sont dispersées des particules de carbone.
- 3. Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que les particules grossières de carbone ont au moins 40 um.
- 4. Procédé selon la revendication 3, caractérisé en ce que les particules grossières de carbone ont au moins 20 75 µm.
  - 5. Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce que la dimension des particules grossières de carbone se situe entre 75 et 300  $\mu m$ .
- 6. Procédé selon l'une quelconque des revendica-25 tions 2 à 5, caractérisé en ce que la poudre de carbone du mélange cohérent est formée de particules ayant moins d'un micron.
- 7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 2 à 6, caractérisé en ce que les particules grossières 30 de carbone sont des particules de graphite.
  - 8. Composite selon la revendication l, caractérisé en ce que les particules grossières de carbone sont des particules de graphite.
- 9. Produit artificiel, caractérisé en ce qu'il 35 est obtenu par le procédé selon l'une quelconque des revendications 2 à 7.